**ГОСТ 22974.9-96**

# М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

**ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕНЫЕ**

**Методы определения оксида титана (IV)**

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ

ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ

**Минск**

## ГОСТ 22974.9-96

Предисловие

1. РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 72; Институтом электросварки им. Е.О. Патона НАН Украины

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

1. ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9 от 12 апреля 1996 г.)

За принятие проголосовали:

### Г' '

|  |  |
| --- | --- |
| Наименование государства | Наименование национального органа по стандартизации |
| Азербайджанская Республика Республика Беларусь Республика Казахстан Российская Федерация Республика Таджикистан Туркменистан  Республика Узбекистан  Украина | Азгосстандарт Госстандарт Беларуси  Госстандарт Республики Казахстан Госстандарт России  Таджи кто с стандарт  Главная государственная инспекция Туркменистана Узгосстандарт  Госстандарт Украины |

1. Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 21 апреля 1999 г. № 134 межгосударственный стандарт ГОСТ 22974.9—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 2000 г.
2. ВЗАМЕН ГОСТ 22974.9-85

© ИПК Издательство стандартов, 1999 Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и

распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разре­ шения Госстандарта России

и

# ГОСТ 22974.9-96

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕНЫЕ

Методы определения оксида титана (IV)

Melted welding fluxes. Methods of titanium oxide (IV) determination

Дата введения 2000—01—01

# Область применения

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения оксида титана (IV) с диантипирилметаном и с хромотроповой кислотой при содержании от0,5до10%ис перекисью водорода при содержании от 7 до 40 %.

# Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты: ГОСТ 199—78 Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4208—72 Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора). Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6552—80 Кислота ортофосфорная. Технические условия ГОСТ 7172—76 Калий пиросернокислый. Технические условия ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия ГОСТ 19807—91 Титан и сплавы титана деформируемые. Марки ГОСТ 22180—76 Кислота щавелевая. Технические условия

ГОСТ 22974.0—96 Флюсы сварочные плавленые. Общие требования к методам анализа ГОСТ 22974.1—96 Флюсы сварочные плавленые. Методы разложения флюсов

# Общие требования

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22974.0.

# Фотометрический метод определения оксида титана (IV) с диантипирилметаном

#### Сущность метода

Метод основан на взаимодействии в кислой среде четырехвалентного титана с диантипирил­ метаном с образованием комплексного соединения, окрашенного в золотисто-желтый цвет. Опти­ ческую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 480 нм или на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром.

#### Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

#### Издание официальное

1

**ГОСТ 22974.9-96**

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204, растворы массовых концентраций 0,05 г/см3 и 0,1 г/см3 и разбавленная 1:4.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 г/см3 и разбавленная 1:1.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199, раствор массовой концентрации 0,05 г/см3. Титана диоксид.

Титан металлический по ГОСТ 19807.

Кислота аскорбиновая, раствор массовой концентрации 0,05 г/см3. Бумага конго.

Диантипирилметан, раствор массовой концентрации 0,01 г/см3: 10 г диантипирилметана и 5 г аскорбиновой кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см3, вливают 150 см3 воды и осторожно 15 см3 серной кислоты плотностью 1,84 г/см3, нагревают до растворения навески, охлаждают и доливают водой до метки. Раствор фильтруют на фильтр «белая лента».

Стандартные растворы оксида титана.

Раствор А: 1 г свежепрокаленного диоксида титана при температуре 1000 °С сплавляют в платиновой чашке с 10 г пиросернокислого калия до просветления расплава при температуре 800—900 °С. Охлажденный плав растворяют в 50 см3 серной кислоты массовой концентрации 0,1 г/см3, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см3, доливают до метки серной кислотой массовой концентрации 0,05 г/см3 и перемешивают. 0,5995 г титановой губки растворяют при нагревании в 50 см3 серной кислоты (1:4) в колбе вместимостью 250 см3, покрыв часовым стеклом. По растворении навески титана раствор окисляют до обесцвечивания азотной кислотой и выпари­ вают до выделения густых паров серной кислоты. Раствор охлаждают, приливают 50 см3 раствора серной кислоты массовой концентрации 0,05 г/см3, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см3 и этой же кислотой доводят до метки.

Раствор А имеет массовую концентрацию оксида титана (IV) 0,001 г/см3.

Раствор Б: 10 см3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см3, доводят до метки серной кислотой массовой концентрации 0,05 г/см3 и перемешивают.

Раствор Б имеет массовую концентрацию оксида титана (IV) 0,0001 г/'см3.

#### Проведение анализа

* + 1. После разложения флюса сплавлением по ГОСТ 22974.1 25 см3 основного раствора помещают в стакан вместимостью 300—400 см3, добавляют 5 см3 концентрированной азотной кислоты, осторожно приливают 10 см3 концентрированной серной кислоты и упаривают до густых паров серной кислоты. Стакан с раствором охлаждают, обмывают водой стенки стакана и выпари­ вание повторяют вновь, затем раствор в стакане снова охлаждают, приливают 100 см3 воды и нагревают до полного растворения сернокислых солей. Содержимое стакана переносят в мерную колбу вместимостью 250 см3, доливают водой до метки и перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора 5—20 см3 (в зависимости от содержания оксида титана во флюсе) в мерную колбу вместимостью 100 см3, нейтрализуют раствором уксуснокислого натрия до розовой окраски бумаги конго, затем по каплям прибавляют раствор соляной кислоты (1:1) до перехода окраски бумаги конго в синюю. Прибавляют 5 см3 раствора аскорбиновой кислоты и оставляют на 10—15 мин до полного восстановления железа. Затем прибавляют 10 см3 соляной кислоты плотностью 1,19 г/см3 для разрушения окрашенного соединения, образуемого титаном с аскорбиновой кислотой, добавляют 25 см3 раствора диантипирилметана, доводят водой до метки и перемешивают. Через 30—50 мин измеряют оптическую плотность на спектрофотометре длиной волны 480 нм или на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром в кювете толщиной поглощающего слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа. Массу оксида титана (IV) находят по градуировочному графику.

* + 1. После разложения флюса растворением в кислотах по ГОСТ 22974.1 25 см3 основ­ ного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 250 см3, доливают водой до метки и перемешивают.

2

**ГОСТ 22974.9-96**

Отбирают аликвотную часть раствора 5—20 см3 и далее анализ проводят по 4.3.1.

#### Построение градуировочного графика

В шесть мерных колб вместимостью 100 см3 последовательно вносят 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и

5,0 см3 стандартного раствора Б, что соответствует 0,00005; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004 и 0,0005 г оксида титана (IV). В седьмую колбу стандартного раствора оксида титана (IV) не добавляют. Прибавляют 5 см3 аскорбиновой кислоты и далее анализ проводят по 4.3.1.

Раствором сравнения служит раствор, в котором нет стандартного раствора оксида титана (IV).

#### Обработка результатов

* + 1. Массовую долю оксида титана (IV) ***X, %,*** вычисляют по формуле

*X- —■* 100 **, (1>**

*т \*

где ***т —*** масса оксида титана, найденная по градуировочному графику, г;

— масса навески флюса, соответствующая аликвотной части раствора, г.

* + 1. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли оксида титана (IV) приведены в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

### 1— - •- • •• — • ■ ■ —

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Массовая доля оксида титана (IV) | д | Допускаемое расхождение | | | 5 |
| 4с | ^2 |  |
| От 0,5 до 1 включ. | 0,08 | 0,10 | 0,08 | 0,10 | 0,05 |
| Св. 1 » 2 » | 0,11 | 0,14 | 0,12 | 0,14 | 0,07 |
| » 2 » 5 » | 0,18 | 0,22 | 0,18 | 0,22 | 0,12 |
| » 5 » 10 » | 0,24 | 0,30 | 0,25 | 0,31 | 0,16 |
| » 10 » 20 *»* | 0,4 | 0,5 | 0,4 | 0,5 | 0,2 |
| » 20 »40 » | 0,6 | 0,7 | 0,6 | 0,7 | 0,4 |

1. **Фотометрический метод определения оксида титана (IV) с хромотроповой кислотой**

#### Сущность метода

Метод основан на образовании комплексного соединения титана с хромотроповой кислотой, окрашенного в зависимости от концентрации титана от желтого до красно-бурого цвета. Оптическую плотность измеряют на спектрофотометре при длине волны 453 нм или на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром.

#### Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота серная по ГОСТ 4204, растворы массовых концентраций 0,05 г/см3, 0,1 г/см3 и разбавленная 1:4.

Соль железа (II) и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208, раствор массовой концентрации 0,04 г/см3 (40 г соли Мора растворяют в 900 см3 воды. После полного растворения соли Мора прибавляют 100 см3 концентрированной серной кислоты).

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Щавелевая кислота по ГОСТ 22180, раствор массовой концентрации 0,05 г/см3. Хромотроповой кислоты динатриевая соль: 3 г растворяют в 100 см3 воды.

Титан металлический по ГОСТ 19807.

Стандартные растворы оксида титана (IV) готовят по 4.2.

#### Проведение анализа

После разложения флюса по ГОСТ 22974.1 25 см3 раствора помещают в стакан вместимостью 300—400 см3, добавляют 5 см3 концентрированной азотной кислоты, осторожно приливают 10 см3 концентрированной серной кислоты и упаривают до густых паров серной кислоты. Стакан с

### 3

**ГОСТ 22974.9-96**

раствором охлаждают, хорошо обмывают водой стенки стакана и выпаривают, затем содержимое стакана снова охлаждают, приливают 100 см3 воды и нагревают до полного растворения сернокислых солей. Содержимое стакана переносят в мерную колбу вместимостью 250 см3, доливают водой до метки и хорошо перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора 10—50 см3 (в зависимости от содержания оксида титана (IV) во флюсе) в мерную колбу вместимостью 100 см3, прибавляют 10 см3 раствора соли Мора, 20 см3 раствора щавелевой кислоты, 4 см3 хромотроповой кислоты (после прибавления каждого реактива хорошо пере­ мешивают) , доводят до метки водой и измеряют оптическую пло тность на спектрофотометре д линой волны 453 нм или на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром в кювете толщиной поглощающего слоя

30 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа. Массу оксида титана (IV) находят по градуировочному графику.

#### Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см3 последовательно вносят 1; 2; 3; 4; 5 и 6 см3 стандартного

раствора Б, что соответствует 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005 и 0,0006 г оксида титана (IV). В седьмую колбу не добавляют стандартный раствор оксида титана (IV). Прибавляют соответственно 9; 8; 7; 6; 5; 4 см3 серной кислоты массовой концентрации 0,05 г/см3 и 10 см3 соли Мора и далее анализ проводят по 5.3.

#### Обработка результатов

* + 1. Массовую долю оксида титана (IV) ***X,*** %, вычисляют по формуле

где ***т*** — масса оксида титана, найденная по градуировочному графику, г;

***mi*** — масса навески флюса, соответствующая аликвотной части раствора, г.

* + 1. Нормы точности и нормативы точности определения массовой доли оксида титана (IV) приведены в таблице I.

# Фотометрический метод определения оксида титана (IV) с перекисью водорода

#### Сущность метода

Метод основан на способности ионов титана образовывать с перекисью водорода в кислой среде комплексное соединение, окрашенное в желтый цвет. Мешающее влияние трехвалентного железа устраняется добавлением в раствор ортофосфорной кислоты. Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 390 нм или на фотоэлектроколориметре с синим свето фильтром.

* 1. **Аппаратура, реактивы и растворы** Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр. Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:4, и массовой концентрации 0,05 г/см3. Водорода перекись по ГОСТ 10929.

Титан металлический по ГОСТ 19807. Титана диоксид.

Стандартный раствор оксида титана (IV) готовят по 4.2.

#### Проведение анализа

* + 1. После разложения флюса сплавлением по ГОСТ 22974.1 2—5 см3 основного раствора помещают в стакан вместимостью 200—250 см3, добавляют 2—3 см3 концентрированной азотной кислоты, осторожно приливают 10 см3 концентрированной серной кислоты и упаривают до густых паров серной кислоты. Стакан с раствором охлаждают, обмывают водой стенки стакана и выпари­ вание повторяют вновь, затем раствор в стакане охлаждают, добавляют 20 см3 воды для растворения сернокислых солей и раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см3. Приливают 10 см3 серной кислоты (1:4), 30 см3 воды, 2 см3 ортофосфорной кислоты, 5 см3 перекиси водорода,

4

**ГОСТ 22974.9-96**

доливают водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют на спектро­ фотометре при длине волны 390 нм или на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром в кювете толщиной поглощающего слоя 30 мм.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, проведенный через весь ход анализа.

Массу оксида титана (IV) находит по градуировочному графику.

* + 1. После кислотного разложения флюса по ГОСТ 22974.1 2—5 см3 основного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 см3, приливают 10 см3 серной кислоты (1:4), 50 см3 воды, 2 см3 ортофосфорной кислоты, 5 см3 перекиси водорода и далее анализ проводят по 6.3.1.

#### Построение градуировочного графика

В шесть мерных колб вместимостью 100 см3 вносят 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см3 стандартного

раствора А, что соответствует 0,0005; 0,001; 0,0015; 0,0020; 0,0025 и 0,0030 г оксида титана (IV). В седьмую колбу вносят 3 см3 серной кислоты массовой концентрации 0,05 г/см3. Затем приливают по 10 см3 серной кислоты (1:4), 10 см3 воды, 2 см3 ортофосфорной кислоты, 5 см3 перекиси водорода, доливают водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре длиной волны 390 нм или на фотоэлектроколориметре толщиной поглощающего слоя 30 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор, в который не вводился стандартный раствор оксида титана (IV).

#### Обработка результатов

* + 1. Массовую долю оксида титана (IV) ***X,*** %, вычисляют по формуле

*X* = — - • 100 ,

***т***1

где ***т*** — масса оксида титана (IV), найденная по градуировочному графику, г;

/Л| — масса навески флюса, соответствующая аликвотной части раствора, г.

**(****)**

* + 1. Нормы точности и нормативы точности определения массовой доли оксида титана (IV) приведены в таблице I.

**5**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **ГОСТ 22974.9-96** |  | | | |
| УДК 621.791.048:006.354 МКС 77.040 |  | В09 |  | ОКСТУ 0809 |
| Ключевые слова: метод определения, оксид титана, раствор, анализ, флюс, реактивы, нормы точности | кислота, | массовая | частица | оксида титана, |

Редактор *Л. И. Нахимова*

Технический редактор *Л. А. Кузнецова* Корректор *М.С. Кабашова* Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 06.07 99 Подписано в печать 13.09 99. Уел. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,73.

Тираж 228 экз. С3533. Зак. 680.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.

Набрано в Издательстве на ПЭВМ

Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. “Московский печатник”, Москва, Лялин пер., 6.

Плр № 080102